

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-279525

(43)Date of publication of application : 12.10.1999

(51)Int.Cl.

C09K 3/00

C01G 9/02

(21)Application number : 10-125197

(71)Applicant : SAKAI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 30.03.1998

(72)Inventor : ISHIDA KUNITERU

TAKAHASHI MAMORU

EKOSHI KOJU

ONO KEIJI

## (54) CLEAR HEAT-RAY-INTERCEPTING MATERIAL

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a harmless material which is excellent in clarity and ultraviolet absorption effect by forming the material from ultrafine zinc oxide particles contg. a group IIIB element and a group IVB element, the sum of amts. of the two elements contained being specified.

SOLUTION: This material comprises ultrafine zinc oxide particles which contain a group IIIB element and a group IVB element in a content of the sum of the two elements of 1-15 mol.% and are prepd. by adding a soln. contg. the group IIIB element and the group IVB element, in a concn. of 0.3-2.0 mol/l, to an aq. slurry of ultrafine zinc oxide particles contg. 50-200 g/l zinc oxide, then neutralizing the slurry with an alkali component selected from among sodium hydroxide, potassium hydroxide, sodium carbonate, ammonium carbonate, etc., and subjecting the neutralized slurry to filtration, washing with water, drying, crushing, and reduction roasting. The arithmetic mean of unidirectional diameters of electronmicroscopic projection image of the ultrafine particles is 3-100 nm. Al, Ga, and In are used as the group IIIB element; and Ge, Sn, etc., pref. in the form of a sulfate, a chloride, a nitrate, etc., are pref. as the group IVB element.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

18.03.2005

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-279525

(43) 公開日 平成11年(1999)10月12日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>  
C 0 9 K 3/00  
C 0 1 G 9/02

識別記号  
1 0 5

F I  
C 0 9 K 3/00 1 0 5  
C 0 1 G 9/02 Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 書面 (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平10-125197

(22) 出願日 平成10年(1998) 3 月30日

(71) 出願人 000174541

堺化学工業株式会社  
大阪府堺市戎之町西1丁1番23号

(72) 発明者 石田 邦輝

福島県いわき市泉町下川字田宿110番地  
堺化学工業株式会社小名浜事業所内

(72) 発明者 高橋 颯

福島県いわき市泉町下川字田宿110番地  
化学工業株式会社小名浜事業所内

(72) 発明者 江越 弘寿

福島県いわき市泉町下川字田宿110番地  
化学工業株式会社小名浜事業所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透明性熱線遮蔽材料

(57) 【要約】

高い透明性を有し、熱線遮蔽効果を付与したことを特徴とする酸化亜鉛系超微粒子を提供するにある。

【解決の手段】 酸化亜鉛にⅡⅡⅡ族元素、ⅣⅣ族元素を含有することにより高い透明性と熱線遮蔽性を有する酸化亜鉛系超微粒子を提供する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】IIIB族元素、IVB族元素の各1種類の元素を含有する酸化亜鉛系超微粒子であることを特徴とする透明性熱線遮蔽材料

【請求項2】電子顕微鏡法投影像の定方向径算術平均が3~100nmの酸化亜鉛系超微粒子であることを特徴とする請求項1記載の透明性熱線遮蔽材料

【請求項3】IIIB族元素、IVB族元素の含有量が合わせて1~15mol%の酸化亜鉛系超微粒子であることを特徴とする請求項1または2記載の透明性熱線遮蔽材料

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は熱線遮蔽を要する車窓、電話ボックス、その他部屋の窓などに貼りつけるフィルム、または塗装するコーティング剤に用いられる透明性熱線遮蔽性材料に関する。

## 【0002】

【従来の技術および本特許が解決しようとする課題】近年 地球温暖化問題の高まりの中、電力節減等の省エネルギーを積極的に進める一つの策として、夏場の太陽光中の赤外線を遮蔽することにより室内や車内の温度上昇を抑えるための検討がなされてきた。

【0003】太陽光は赤外光を約50%含んでおり、エネルギー的には紫外光の10分の1以下と小さいが熱的作用は大きい。赤外光を遮蔽するには吸収し熱拡散させるか、反射させることが必要であるが、吸収の場合吸収した物質は熱輻射を行うため反射で遮蔽することが好ましい。更に太陽光が入射するビルの窓、車窓、電話ボックスなどの場合、可視光領域まで反射すると暗くなった視感度が悪化するため、可視光に対しては透明である必要がある。このような理由から可視光領域を透過し、赤外光領域を反射する材料が求められてきた。

【0004】すでに熱線遮蔽性材料としては、金属蒸着膜、有機添加剤または無機半導体が提案されている。しかしながら金属蒸着膜の場合可視光の透過性に劣る、耐久性に乏しいなどの欠点がある。有機添加剤としてフタロシアニン系、アントラキノ系、ナフトキノ系、シアニン系等があるが可視光の透過性が低いのと、赤外線の遮蔽が分子の振動運動に起因する吸収によるため、再び熱エネルギーに変換され熱輻射を生じ、温度上昇を抑える効果は不十分である。

【0005】可視光に対して透明で且つ赤外線の遮蔽機能を付与することの出来る半導体材料としてはITO（錫含有酸化インジウム）、ATO（アンチモン含有酸化錫）などが上げられるが希少材料で高価なこと、毒性材料であることなどの問題点があり、幅広く普及するには至っていない。

【0006】本発明は、透明性で紫外線吸収効果に優れ、なおかつ資源的に有利で無毒な材料として化粧品や

包装材料などに使用されている超微粒子酸化亜鉛を、主なる原料とした透明性熱線遮蔽材料として提供することを目的とする。

## 【0007】

【発明が解決しようとする手段】本発明に係る熱線遮蔽材料はIIIB族元素、IVB族元素の各1種類の元素を含有することを特徴とする酸化亜鉛系超微粒子から成っている。

【0008】可視光に対する透過性を持たせるために必要な平均粒子径は、電子顕微鏡法投影像の定方向径算術平均が3~100nm、好ましくは10~50nmである。3nmより小さい場合、粒子同士の凝集力が著しく強くなり、実用性に乏しくなる。一方100nmより大きくなると隠蔽力が強くなり可視光の透過性が著しく低下する。

【0009】IIIB族元素、IVB族元素の含有量は合わせて1~15mol%、好ましくは1~7mol%である。1mol%以下では熱線遮蔽効果が不十分であり、15mol%以上では透明性に悪影響を及ぼす。

【0010】本発明に使用される酸化亜鉛系超微粒子の調製方法の一例を述べると、酸化亜鉛換算で50~200g/Lの超微粒子酸化亜鉛粉末水分分散スラリーにIIIB族元素、IVB族元素の0.3~2.0mol/Lの溶液を添加し、次いでアルカリで中和した後、濾過、水洗、乾燥し、解砕処理後、還元焙焼を行うことにより得ることが出来る。熱線遮蔽材として使用する場合、溶存塩類が出来るだけ少ないことが好ましいので、十分水洗を行う。

【0011】本発明で使われる亜鉛源としては電気亜鉛地金を蒸発する方法などで得られた酸化亜鉛または硫酸亜鉛、塩化亜鉛、硝酸亜鉛などの亜鉛塩が用いられる。IIIB族元素としてはアルミニウム、ガリウム、インジウム、IVB族元素としてはゲルマニウム、錫などが好ましく、硫酸塩、塩化物、硝酸塩などが用いられる。アルカリは水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア水、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウムなどがもちいられる。

## 【0012】

【実施例】次に本発明について実施例を挙げて、さらに詳しく説明する。ただし、これらは本発明を何ら限定するものではない。

（実施例1）超微粒子酸化亜鉛100g/L濃度のスラリーを調製し、1mol/L塩化アルミニウム水溶液と1mol/L塩化錫（IV）水溶液をそれぞれ酸化亜鉛に対して3mol%、0.5mol%添加し、次いで炭酸ナトリウムで中和した後、1時間熟成した。更に、濾過、水洗し、120℃で15時間乾燥後、ハンマーミルで解砕し、400℃で90分間還元焙焼を行い、平均一次粒子径が40nmである酸化亜鉛系超微粒子を得た。

【0013】(実施例2)塩化アルミニウムの代わりに、硝酸ガリウムを用いること以外は実施例1と同様にした。

【0014】(実施例3)塩化アルミニウムの代わりに、硝酸インジウムを用いること以外は実施例1と同様にした。

【0015】(実施例4)塩化錫(IV)の代わりに、塩化ゲルマニウム(IV)を用いること以外は実施例1と同様にした。

【0016】(実施例5)塩化アルミニウムと塩化錫(IV)をそれぞれ酸化亜鉛に対して1mol%、0.3mol%添加すること以外は、実施例1と同様にした。

(実施例6)塩化アルミニウムと塩化錫(IV)をそれぞれ酸化亜鉛に対して6mol%、3mol%添加すること以外は、実施例1と同様にした。

(実施例7)塩化アルミニウムと塩化錫(IV)をそれぞれ酸化亜鉛に対して9mol%、1mol%添加すること以外は、実施例1と同様にした。

【0017】(比較例1)塩化アルミニウム、塩化錫(IV)を用いないこと以外は実施例1と同様にした。

【0018】(比較例2)塩化錫(IV)を用いないこと以外は実施例1と同様にした。

【0019】(比較例3)塩化アルミニウムを用いないこと以外は実施例1と同様にした。

【0020】(比較例4)塩化アルミニウムと塩化錫(IV)をそれぞれ酸化亜鉛に対して15mol%、3mol%添加すること以外は、実施例1と同様にした。

【0021】前記実施例および比較例の酸化亜鉛系超微粒子について熱線遮蔽効果と透明性を試験し、表1の結果を得た。

【表1】

	熱線遮蔽性試験			透明性試験
	0 min	10 min	20 min	%T at 550nm
実施例1	23℃	37℃	41℃	88%
実施例2	24℃	39℃	44℃	85%
実施例3	23℃	36℃	39℃	86%
実施例4	23℃	41℃	46℃	84%
実施例5	23℃	39℃	45℃	90%
実施例6	23℃	36℃	41℃	87%
実施例7	23℃	39℃	44℃	84%
比較例1	23℃	52℃	58℃	90%
比較例2	23℃	48℃	55℃	87%
比較例3	24℃	49℃	57℃	85%
比較例4	23℃	40℃	45℃	59%

#### 【0022】試験塗膜の作成

実施例1～7、比較例1～4で得た酸化亜鉛系超微粒子30g、常乾アクリル樹脂(n.v.50%)30g、キシレン30g、ジルコニアビーズ150gを250mLマヨネーズ瓶に入れ、120分振盪し、分散液を得た。分散液を磨きガラス板に10Milsアプリケーターを用いて塗布し、一晚乾燥させ、試験塗膜とした。

#### 【0023】熱線遮蔽性試験

熱線遮蔽性評価は赤外線ランプ(東芝製、100V、375W)を使って、赤外線を塗膜に照射し、透過光による温度上昇を10分毎に測定した。

#### 【0024】透明性試験

透明性試験は、紫外可視分光光度計(日本分光製、V-550型紫外可視分光光度計)を使って、550nmの透過率を測定した。

#### 【0025】

【発明の効果】以上のように実施例1～7は比較例1～4に比べて温度上昇が小さく、本発明の酸化亜鉛系超微粒子の熱線遮蔽効果が優れていることを示している。一方超微粒子酸化亜鉛本来の透明性は550nmの透過率から維持されていることがわかる。

フロントページの続き

(72)発明者 小野 啓治

福島県いわき市泉町下川字田宿110番地  
堺化学工業株式会社小名浜事業所内